

ICS 77.120  
H 60



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 22660.7—2008

GB/T 22660.7—2008

## 氟化锂化学分析方法 第7部分：三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法

Chemical analysis methods of lithium fluoride—  
Part 7: Determination of iron content—  
Orthophenantholine photometric method

中华人民共和国  
国家标准  
氟化锂化学分析方法  
第7部分：三氧化二铁含量的测定  
邻二氮杂菲分光光度法  
GB/T 22660.7—2008

\*  
中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码：100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
电话：68523946 68517548  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*  
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字  
2009年3月第一版 2009年3月第一次印刷

\*  
书号：155066·1-35916 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话：(010)68533533



GB/T 22660.7—2008

2008-12-29 发布

2009-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

溶液 1 mL 含三氧化二铁 10  $\mu\text{g}$ 。使用时配制。

4.12 pH 试纸 pH 范围 3.5~4.2, 间隔 0.2 单位。

## 5 仪器及设备

5.1 铂皿及铂盖: 直径 70 mm, 高 35 mm。

5.2 高温炉: 能控制温度在  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 高温炉: 能控制温度在  $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 pH 计: 配有玻璃电极。

5.5 分光光度计。

## 6 试样

试样应符合 GB/T 22660.1—2008 中 3.3 的要求。

## 7 分析步骤

### 7.1 试料

称取 1.0 g 试样(6), 精确至 0.000 1 g, 记为  $m_0$ 。

### 7.2 测定次数

独立地进行两次测定, 取其平均值。

### 7.3 空白试验

随同试料(7.1)做空白试验。

### 7.4 测定

7.4.1 称取 12 g 无水碳酸钠(4.1)和 4 g 硼酸(4.2), 精确至 0.000 1 g, 置于铂皿(5.1)中, 加入试料(7.1), 小心混匀, 盖上皿盖, 随同试料做空白试验。

7.4.2 将其放入  $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  的高温炉(5.2)中, 用支架将铂皿与炉底面隔开。直到反应平稳(约 30 min), 然后将铂皿移到  $850\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  的高温炉(5.3)中, 用同样方法将皿与炉底面隔开。熔融 30 min(空白试验熔融 5 min~10 min), 取出铂皿, 于空气中冷却。

7.4.3 向皿中加入热水并慢加热使熔块溶解后, 将试液移入盛有 20 mL 硝酸(4.4)的 250 mL 塑料杯中, 用 18 mL 硝酸(4.4)溶解粘在皿壁上的残渣, 用热水洗涤皿及皿盖, 在近沸温度下加热数分钟至盐类全部溶解, 稍冷, 将溶液移入 250 mL 容量瓶中, 冷却, 稀释至刻度, 混匀, 立即将溶液移入到塑料容器中。

7.4.4 分取上述试液 25 mL, 置于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至 50 mL 左右, 加入 5 mL 盐酸羟胺溶液(4.5), 放置 2 min~3 min, 加入 5 mL 邻二氮杂菲溶液(4.6), 25 mL 缓冲溶液, 混匀。用试纸或 pH 计(5.4)测量溶液的 pH 值, 并用乙酸钠溶液(4.8)或乙酸溶液(4.9)调整 pH 至 3.5~4.2 之间。用水稀释至刻度, 混匀。放置 10 min。

7.4.5 然后将此部分溶液移入 3 cm 吸收池中, 以水为参比, 与分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 将所测吸光度减去随同试料的空白吸光度后, 从工作曲线上查出相应的三氧化二铁的含量, 记为  $m_1$ 。

### 7.5 工作曲线的绘制

7.5.1 移取 0 mL、5.00 mL、10.00 mL、15.00 mL、20.00 mL、25.00 mL 该标准溶液(4.11), 分别置于一组 100 mL 容量瓶中, 以下操作按 7.4.4 进行。

7.5.2 将此溶液移入 3 cm 吸收池中, 以水为参比, 于分光光度计波长 510 nm 处测量其吸光度, 减去试剂空白溶液吸光度后, 以三氧化二铁量为横坐标, 吸光度为纵坐标, 绘制工作曲线。

## 前 言

GB/T 22660《氟化锂化学分析方法》分为 8 部分:

——第 1 部分: 试样的制备和贮存;

——第 2 部分: 湿存水含量的测定 重量法;

——第 3 部分: 氟含量的测定 蒸馏-硝酸钍容量法;

——第 4 部分: 镁含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 5 部分: 钙含量的测定 火焰原子吸收光谱法;

——第 6 部分: 二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法;

——第 7 部分: 三氧化二铁含量的测定 邻二氮杂菲分光光度法;

——第 8 部分: 硫酸根含量的测定 硫酸钡重量法。

本部分为 GB/T 22660 的第 7 部分。

本部分由中国有色金属工业协会提出。

本部分由全国有色金属标准化技术委员会归口。

本部分负责起草单位: 多氟多化工股份有限公司、中国有色金属工业标准计量质量研究所。

本部分参加起草单位: 湖南有色氟化学有限责任公司、中国铝业股份有限公司郑州研究院。

本部分主要起草人: 施秀华、薛旭金、师玉萍、许随军、范连生、王慧、朱亮、黎志坚、赵宝富、连明霞。